



(19) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND

DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

(12) Patentschrift

(10) DE 197 10 315 C 2

(5) Int. Cl. 6:

B 01 D 39/02

B 01 D 39/04

(21) Aktenzeichen: 197 10 315.4-27
 (22) Anmelddatag: 13. 3. 97
 (23) Offenlegungstag: 1. 10. 98
 (25) Veröffentlichungstag
 der Patenterteilung: 7. 1. 99

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

(73) Patentinhaber:

Herzog, Stefan, 80333 München, DE

(74) Vertreter:

Palgen und Kollegen, 40239 Düsseldorf

(72) Erfinder:

Antrag auf Nichtnennung

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
 gezogene Druckschriften:

| | |
|----|---------------|
| DE | 41 10 252 C1 |
| FR | 3 85 035 |
| EP | 07 47 104 A2 |
| JP | 07-3 28 353 A |

(54) Filterhilfsmittel

(57) Filterhilfsmittel welches kleinteilige Holzpartikel umfaßt, die einer chemischen Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel bei einer Temperatur unter 100°C und unter Atmosphärendruck einer die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Holzpartikeln entfernenden Behandlung mit einer verdünnten Lauge unterzogen worden sind.

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Filterhilfsmittel nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1, ein Verfahren zu seiner Herstellung und seine Verwendung.

5 Filterhilfsmittel auf Cellulosebasis sind seit langem bekannt ("Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 3. Auflage (1951), erster Band, Seiten 492, Stichwort "Verfilzte Schichten" und 493, Stichwort "Filterungshilfsmittel"). Cellulose wird durch einen mehrstufigen chemischen Prozeß hergestellt, bei dem alle sensorisch wirksamen Stoffe aus dem Rohstoff entfernt werden.

10 Filterhilfsmittel aus reiner Cellulose finden daher überall dort Anwendung, wo die sensorische Unbedenklichkeit des eingesetzten Filterhilfsmittels von wesentlicher Bedeutung ist. Beispiele für cellulose Filterhilfsmittel sind: EFC (extraktarme Cellulose), feine Pulvercellulose, feine fibrillierte Cellulose, kationisierte Pulvercellulose, feine MCC (mikrokristalline Cellulose).

15 Filterhilfsmittel aus unbehandelten Holzfaserstoffen werden dagegen durch mechanische Zerkleinerung, also nur durch physikalische Behandlung hergestellt und können demnach im Verlauf der Filtration Extraktstoffe (Farbe, Geruch,

15 Geschmack) abgeben. Der Einsatz von Filterhilfsmitteln auf Holzfaserbasis ist daher in der Regel auf technische Filtrationen mit geringeren Ansprüchen hinsichtlich der Sensorik beschränkt. Für Filtrationen im Nahrungs- und Genussmittelbereich, aber auch für viele technische Zwecke kommen sie nicht in Betracht, z. B. bei Zuckerlösungen (Glucose, Dextrose, Fructose), Melasse, Färbelösungen, Fetten und Ölen und dgl.

20 Das schwierige Gebiet der Getränkefiltration erfordert einerseits die vollkommene sensorische Neutralität des eingesetzten Filterhilfsmittels; andererseits ist die Zahl der grundsätzlich einsetzbaren Filterhilfsmittel aus wirtschaftlichen Gründen begrenzt, da die maximalen Aufwendungen für das Filterhilfsmittel vom Preis der in diesem Markt dominierenden mineralischen Filterhilfsmittel festgelegt wird.

25 Üblicherweise erfolgt die Bierfiltration in zwei Stufen. In der ersten Stufe handelt es sich in der Regel um eine Grobfiltration, bei der die Flüssigkeit meist eine angeschwemmte Schicht eines Filterhilfsmittels passiert. Dieser Stufe ist häufig eine Feinfiltration (Membran, Kieselgur etc.) nachgeschaltet.

Das maßgebliche Filterhilfsmittel für die Anschwemmfiltration auf dem Getränke-, insbesondere Biersektor ist Kieselgur. Ein hoher Prozentsatz der Weltbierproduktion wird mittels Kieselgurfiltration geklärt. Dies sind derzeit insgesamt mehr als 1,1 Mrd. hl Bier.

30 Der Gesamtbedarf an Filterhilfsmitteln liegt weltweit bei ca. 750.000 t pro Jahr, wobei der weitaus größte Anteil dieser Menge von anorganischen Stoffen wie eben Kieselgur, Perlite oder Bentonit gestellt wird. Von dieser Gesamtmenge werden weltweit etwa 250.000 t bis 300.000 t pro Jahr von der Getränkeindustrie verbraucht, zum großen Teil von Brauereien, aber auch von Herstellern von Wein und Fruchtsäften.

35 Der Anteil von Filterhilfsmitteln, die auf organischen, nachwachsenden Rohstoffen basieren (Cellulose, Holzfaserstoffe etc.) beläuft sich bislang nur auf ca. 20.000 t pro Jahr, obwohl deren Verwendung im Vergleich zu anorganischen Filterhilfsmitteln zahlreiche Vorteile bietet.

40 So handelt es sich bei den organischen Filterhilfsmitteln um natürliche Materialien, deren Qualität nur in geringen Grenzen schwankt und deren Vorkommen in regelmäßigen Abständen erneuert werden kann. Zudem birgt die Verwendung von organischen Filterhilfsmitteln weder gesundheitliche Risiken noch schädliche Auswirkungen für Umwelt und Natur. Pumpen und Förderelemente der Filtrationsanlagen werden aufgrund des nicht-abrasiven Verhaltens bestmöglich geschont. Schließlich lassen sich die verbrauchten Filterkuchen beispielsweise über Landwirtschaft, Kompostierung oder Viehverfütterung relativ leicht entsorgen.

45 Allerdings sind die organischen Filterhilfsmittel zum Teil um ein Mehrfaches teurer als Kieselgur oder sie besitzen Filtrationseigenschaften, die denen der Kieselgur nicht in vollem Maß entsprechen.

Aus diesem Grund haben sich organische Filterhilfsmittel bisher gegen Kieselgur nicht in Szene setzen können bzw. 45 sind allenfalls zusammen mit Kieselgur verwendet worden (Aufsatz von J. Speckner "Cellulose als Filterhilfsmittel" in Z. "Brauwelt", Jahrgang 124 (1984), Heft 46, Seiten 2058 bis 2066, insbesondere Seite 2062, linke Spalte oben).

50 Kieselgur erweist sich jedoch in zunehmendem Maße als problematisch. Als mineralischer Naturstoff ist sie in ihrem Vorkommen begrenzt. Inzwischen muß bei Kieselgur mehr und mehr auf minderwertige Qualitäten zurückgegriffen werden, um dem hohen Bedarf der Industrie gerecht zu werden. Dies führt jedoch zu steigenden Aufwendungen für die Reinigung und Verarbeitung der Kieselgur, die langfristig deren wirtschaftliche Situation negativ beeinflussen könnte.

55 Von noch größerem Einfluß ist aber die Tatsache, daß die Anwender gegenüber der Kieselgur eine zunehmend kritische Haltung einnehmen.

60 Dies ist auf die Lungengängigkeit vieler natürlicher Mineralstoffe und auch der Kieselgur zurückzuführen, die aus arbeitsmedizinischer Sicht sehr ernst zu nehmen ist. Die World Health Organisation (WHO) stuft Kieselgur 1988 nach Tierversuchsreihen als kanzerogenen Stoff ein. Für die Handhabung gelten strenge Vorschriften, die in Deutschland mehr und mehr beachtet und durchgesetzt werden.

Ein weiterer Aspekt besteht darin, daß die Entsorgung der Kieselgur in Industrieländern zunehmend kritischer wird. Eine Einstufung als Sondermüll erschwert die Deponierung erheblich. Mit der Einführung der neuen TA Siedlungsabfall verschärft sich die Entsorgungssituation für Kieselgur weiter. In vielen Fällen verursacht die Entsorgung von als Filterhilfsmittel gebrauchter Kieselgur bereits Kosten von ca. 600,00 DM pro t Kieselgur, wenn diese in der Bierfiltration eingesetzt wurde bzw. 1500,00 pro t Kieselgur, wenn diese bei der technischen Filtration von Problemstoffen verwendet wurde.

65 Ausgehend von diesen drängenden Problemen insbesondere auch auf dem Gebiet der Bierfiltration liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein wirksames und wirtschaftlich bereitstellbares Filterhilfsmittel zu entwickeln.

65 Diese Aufgabe wird durch die in Anspruch 1 wiedergegebene Erfindung gelöst.

70 Es sollen sensorisch, also farblich, geruchlich und/oder geschmacklich wirksame Stoffe vor dem Einsatz als Filterhilfsmittel in ausreichendem Maß aus dem Filterhilfsmittel entfernt werden, so daß keiner dieser Stoffe in nennenswertem Umfang in das Filtrat übergehen und dessen sensorische Eigenschaften beeinträchtigen kann. Die Partikel werden

gewissermaßen sensorisch ausreichend neutralisiert, um als Filterhilfsmittel dienen zu können. Dabei ist wesentlich, daß die Behandlung nur gerade soweit getrieben wird, wie es für diesen Zweck erforderlich ist. Der Energie- und Chemikalieneinsatz bleibt in einem vertretbaren Rahmen, so daß das Produkt wirtschaftlich mit Kieselgur konkurrieren kann. Die Einwirkung ist also nicht so durchgreifend, wie es bei der Herstellung von Cellulose aus Holzfasern der Fall ist. Überraschend wurde gefunden, daß durch eine Flüssigkeitsbehandlung eine ausreichende Neutralisierung der Partikel in sensorischer Hinsicht erreicht werden kann, ohne daß es gleichzeitig anzuwendender hoher Drücke und Temperaturen, großer Mengen scharfer Chemikalien und vielstündiger bis tagelanger Behandlungszeiten bedarf. Durch die Erfindung wird gewissermaßen den Holzpartikeln ein erweitertes Anwendungsgebiet eröffnet, ohne daß es des Aufwandes wie bei der Celluloseherstellung bedarf.

Ausgangspunkt und bevorzugtes Anwendungsgebiet für die Erfindung ist zwar die Bier- und Getränkefiltration, wo es um die Schaffung eines Kieselgurersatzstoffes geht, doch ist die Erfindung nicht auf diesen Anwendungsbereich beschränkt.

Die Holzpartikel umfassen z. B. Holzfasern (Anspruch 2) oder insbesondere Holzzerkleinerungsreste (Anspruch 3), also z. B. Sägemehl, Schleifmehl, Holzspäne, Hackspäne, Fräsbaffall, Splitterholz und dergleichen.

Die bei der Herstellung der Holzpartikel bei der Erfindung vorgenommene Mahlung bestimmt weitgehend die Filtrationseigenschaften. Bei feiner Mahlung ist in der Regel die Permeabilität der Filterschicht geringer. Durch die Mahlung (Mikronisierung, Fibrillierung) wird zudem die Partikelform beeinflußt, die wiederum den noch zu erläuternden Wasserwert als Maß für die Durchlässigkeit der Filterschicht verändert. Bei fasrigen Celluloseprodukten können diese z. B. mehr oder weniger fibrilliert sein. Die Mahlung kann auch in mehreren Schritten erfolgen, indem sich einer ersten Mahlung zur Herstellung der Partikel eine weitere Mahlung nach der Behandlung und vor oder nach der Trocknung anschließt.

Die aus Holzpartikeln hergestellten Partikel des Filterhilfsmittels sollen tatsächlich noch Holzcharakter haben, d. h. es soll nicht praktisch quantitativ das Lignin aus dem Rohstoff Holz herausgelöst worden sein, wie es bei der Celluloseherstellung im Sulfit- oder Sulfatverfahren durch vielstündige Behandlung unter erhöhtem Druck bei weit über 100°C liegenden Temperaturen geschieht.

Die Behandlungszeit bei der Erfindung kann relativ kurz sein, z. B. unter zwei Stunden betragen, so daß sie sich um fast eine Größenordnung von der Behandlungszeit bei der Celluloseherstellung unterscheidet. Das Ziel ist die Entfernung nur der Anteile des Holzes, die im Hinblick auf den Verwendungszweck als Filterhilfsmittel unerwünscht sind, d. h. geschnackliche, geruchliche und/oder farbliche Wirkungen im Filtrat ausüben. Es handelt sich hierbei nicht in erster Linie um Lignin, sondern um Verbindungen wie etherische Öle, Terpenöle und Terpenoide, Gerbsäuren, Fette und Wachse, phenolische Substanzen (Lignane, Phenylpropane, Cumarin) Stilbene, Flavonoide und dergleichen, die eine Menge von ca. 4 bis 5 Gewichtsprozent des trockenen Holzes ausmachen. Es hat sich gezeigt, daß diese Verbindungen durch eine Behandlung mit verdünnten Laugen Säuren schon bei Umgebungstemperaturen unter Atmosphärendruck so weit aus dem Holz herausgelöst oder aber unwirksam gemacht werden können, daß die behandelten Holzpartikel für die praktische Verwendung als Filterhilfsmittel sensorisch hinreichend neutral sind. Es kommt nicht darauf an, daß bei einer scharfen Analyse keinerlei Rückstände der unerwünschten Art mehr festzustellen sind, sondern daß z. B. ein mit dem Filterhilfsmittel gefiltertes Medium bei der sensorischen Prüfung keinen Holzgeschmack oder Holzduft und keine braune Verfärbung erkennen läßt. Die Behandlung kann relativ zu den Behandlungsdauern der Zellstoffherstellung kurzzeitig sein.

Ein wichtiges Merkmal bei der Behandlung der Partikel ist ferner, daß die Behandlung auch bei Temperaturen unterhalb 100°C und gleichzeitig bei Atmosphärendruck stattfinden kann, was die für die Herstellung des Filterhilfsmittel benötigte Anlage wesentlich vereinfacht.

Das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel kann besonders wirtschaftlich bereitgestellt werden. Die Kosten dürften in der gleichen Größenordnung wie die Kosten für Kieselgur liegen, aber nur etwa ein Drittel der Kosten für Cellulosepulver betragen.

Es scheint auch so zu sein, daß die erfindungsgemäß behandelten Partikel eine oberflächlich zusätzlich aufgerauhte bzw. zerklüftete Struktur erhalten, die die Filtereigenschaften vorteilhaft beeinflußt.

Dem Oberbegriff des Anspruchs 1 liegt die FR-PS 385 035 zugrunde, die für Filterzwecke verwendete Holzfasern zum Gegenstand hat, die zur Vermeidung des Faulens mit einer Permanganatlösung gegebenenfalls unter Zusatz von Säure behandelt sind.

Der JP-A 73 28 353, der DE 41 10 252 C1 und der EP 747 104 A2 ist der Einsatz von Cellulosefasern, also nicht von laugebehandelten Holzpartikeln, in Mischung mit anderen Komponenten als Filterhilfsmittel zu entnehmen.

Gemäß Anspruch 4 kann das Filterhilfsmittel im wesentlichen nur Holzpartikel ein und derselben Art, Größe und Vorbehandlung enthalten, also im wesentlichen einheitlich zusammengesetzt sein.

Es ist aber gemäß Anspruch 5 auch möglich, daß das Filterhilfsmittel mindestens zwei nach unterschiedlichen Verfahren zerkleinerte Anteile der Partikel enthält, um die Filtrationseigenschaften den Erfordernissen entsprechend einstellen zu können.

Unter dem gleichen Aspekt kann das Filterhilfsmittel mindestens zwei auf unterschiedliche Abmessungen zerkleinerte Anteile der Partikel (Anspruch 6) und/oder mindestens zwei aus unterschiedlichen Ausgangsmaterialien hergestellte Partikel enthalten (Anspruch 7).

Das Filterhilfsmittel kann auch andere, die Filtrationseigenschaften nicht beeinflussende Anteile enthalten (Anspruch 8).

Es kann auch eine Mischung mit anderen, d. h. nicht aus Pflanzenfasern bestehenden filteraktiven Anteilen sein (Anspruch 9), auch mit mineralischen Anteilen (Anspruch 10), namentlich mit Kieselgur (Anspruch 11), was die Wirkung häfte, den Kieselguranteil und die damit einhergehenden eingangs erwähnten Probleme zu reduzieren.

Es kommen aber als zusätzliche Bestandteile auch andere mineralische Filterhilfsmittel, insbesondere Perlite, in Betracht (Anspruch 12).

Gemäß Anspruch 13 soll die größte mittlere Partikelabmessung des gebrauchsfertigen Filterhilfsmittel unterhalb 3,0 mm liegen.

Bei faserförmigen Partikeln hingegen soll der mittlere Faserdurchmesser unter 1,0 mm liegen (Anspruch 14). Da die Partikel durch Mahlung hergestellt sind, haben sie keine scharfe Größe, sondern eine Größenverteilung etwa nach einer Gauß'schen Kurve. Die Lage des Maximums dieser Kurve sei hier als größte Partikelabmessung verstanden. Das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel kann zur Bildung von Anschwemm-Filterschichten in der gleichen Weise eingesetzt werden, wie es bisher bei den mineralischen Filterhilfsmitteln der Fall war.

Die Erfindung erstreckt sich auch auf ein Verfahren gemäß Anspruch 15 zur Herstellung des Filterhilfsmittels, bei dem die Partikel während einer Einwirkungsdauer mit der Behandlungsflüssigkeit digeriert werden.

Ein in Betracht kommender Temperaturbereich bei der Behandlung der Partikel ist der Bereich der Umgebungstemperatur, der zwar keinen Heizenergieaufwand, dafür aber längere Behandlungszeiten erfordert (Anspruch 16).

10 Ein weiterer praktikabler Bereich mit kürzeren Behandlungszeiten ist 50–100°C (Anspruch 17). Es kann gemäß Anspruch 18 bei Atmosphärendruck im Temperaturbereich von 70 bis 90°C gearbeitet werden, was eine gegenüber der Umgebungstemperatur deutlich erhöhte, jedoch unter dem Siedepunkt liegende Temperatur bedeutet und den Einsatz von Druckgefäßern erübrigt. Dies führt mit einem Minimum an apparativem und energetischem Aufwand zu einem brauchbaren Filterhilfsmittel.

15 "Verdünnte Lauge" soll eine wäßrige Lösung mit einem Anteil von 2 bis 10 Gew.-% der trockenen Lauge, bezogen auf den Feststoffgehalt, bedeuten (Anspruch 19). Bei der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird Natronlauge verwendet (Anspruch 20).

Die Einwirkungsdauer hängt abgesehen von Druck und Temperatur vom Lösungsvermögen der verdünnten Lauge für die unerwünschten Inhaltsstoffe ab. Bei verdünnter Lauge kommen auch keine Einwirkungsdauern im Sekundenbereich 20 in Betracht, sondern solche, die im Vergleich zu den bei der Celluloseherstellung notwendigen mehrstündigen bis tage-langen Einwirkungsdauern kurz sind. Die Einwirkungsdauer ist zum Teil von der Partikelgröße abhängig.

Sie bemüht sich im übrigen danach, daß gerade nur die sensorisch maßgeblichen Stoffe aus den Partikeln, insbesondere den Holzpartikeln entfernt werden sollen. Letzteres Ziel ist erreicht, wenn höchstens 10 Gew.-% an der Holzinhaltsstoffe entfernt werden (Anspruch 21), während es bei der Celluloseherstellung um die Befreiung von meist mehr als 30% der Holzinhaltsstoffe geht.

25 Die Einwirkungsdauer kann bei einer Laugenbehandlung insbesondere zwischen 5 und 120 min. liegen (Anspruch 22). Die Stoffdichte, d. h. der Gewichtsanteil der Partikel in der verdünnten Lauge kann bei der Behandlung 5 bis 25% betragen (Anspruch 23).

30 Die Partikel können nach der Einwirkungsdauer gewaschen und getrocknet werden (Anspruch 24). Die Partikelgröße (Maximum der Korngrößenverteilung) kann während der Behandlung bis zu 10 mm, vorzugsweise 0,1 bis 1,0 mm betragen (Anspruch 25).

35 Da bei einer Mahlung in der Nassphase sich die Korntorm ändert, eröffnet sich auf diesem Wege eine Möglichkeit, den Wasserwert einzustellen (Anspruch 26).

Im Einzelfall ist es ohne Aufgabe der sensorischen Unbedenklichkeit möglich, die Partikel nach der Laugenbehandlung und dem Trocknen weiterzzerkleinern (Anspruch 27).

Um im Hinblick auf die Filtereigenschaften eindeutige Verhältnisse zu bekommen, empfiehlt es sich gemäß Anspruch 28, die Partikel nach der Laugenbehandlung und dem Trocknen zu klassieren.

40 Die Erfindung verkörpert sich auch in der Verwendung von kleinteiligen Holzpartikeln, die bei einer Temperatur unter 100°C und unter Atmosphärendruck einer Behandlung mit einer verdünnten Lauge unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Holzpartikeln entfernt, als Filterhilfsmittel (Anspruch 29), insbesondere wenn die Partikel nach dem Verfahren der Ansprüche 15 bis 28 behandelt worden sind (Anspruch 30).

45 Eine in Betracht kommende Verwendung erfolgt insbesondere in der Getränke-, insbesondere Bierfiltration (Anspruch 31).

50 Andere Anwendungsfelder der Erfindung sind die Lebensmittelfiltration (Anspruch 32), also z. B. Zuckerlösungen, Speiseöl, Fett, Gelatine, Zitronensäure, Alginat usw., die Filtration im Bereich der Chemie (Anspruch 33), also z. B. Chloralkali, im Bereich der Reinigung von Hilfsflüssigkeiten der Metallbearbeitung (Anspruch 34), also z. B. Kühl-schmierstoffe, Walzöle, Schleiföle usw., und im Bereich der Pharmazie und Kosmetik (Anspruch 35).

55 Zur Untersuchung der Wirksamkeit der erfindungsgemäßen Behandlung der Pflanzenfaserpartikel wurden unbehandelte Pflanzenfaserpartikel (Lignocel C 120) mit erfindungsgemäß behandelten Pflanzenfaserpartikeln (Probe Nr. 1; Probe Nr. 2; Probe Nr. 3) verglichen. Die Proben Nr. 1 bis Nr. 3 wurden wie folgt behandelt:

Probe 1: Zur Darstellung der behandelten Pflanzenfaserpartikel wurden in einem Misch- und Aufbereitungsreaktor bei 20°C bis 25°C ohne zusätzliches Temperieren und ohne Rühren 330 g Holzfasermehl (Partikelbereich: 70–150 µm), 3700 ml Wasser und 15,8 g festes Natriumhydroxid digeriert (umgesetzt). Der Feststoffgehalt lag unter 10 Gew.-%, die Retentionszeit betrug mindestens 16 Stunden, der pH-Wert der wäßrigen Lauge lag nach 16 Stunden unter 11,3.

60 Die Natronlauge wurde über einen Kunststoff-Filter abgenutzt, der vorgetrocknete Naßkuchen wurde in heißem Wasser (70°C) aufgeschlämmt, so daß ein Feststoffgehalt unter 15 Gew.-% erreicht wurde. Es wurde mit verdünnter Salzsäure ein End-pH-Wert von 3,0 bis 7,0 eingestellt und die Lösung über einen Kunststoff-Filter abgenutzt. Die anschließende Nachwaschung erfolgte mindestens zweimal mit jeweils 200 bis 500 ml 70°C heißem Wasser.

65 Probe 2 wurde mit heißer Lauge behandelt und kalt nachgewaschen. In einem Misch- und Aufbereitungsreaktor wurde bei Temperaturen über 50°C und unter Rühren 330 g Holzfasermehl (Partikelbereich: 70–150 µm), 3700 ml Wasser und weniger als 12 g festes Natriumhydroxid digeriert (umgesetzt). Der Feststoffgehalt lag unter 10 Gew.-%, die Retentionszeit betrug mindestens 20 Minuten, der pH-Wert der wäßrigen Lauge lag bei Versuchsende unter 10,8. Die Natronlauge wurde über einen Kunststoff-Filter abgenutzt, der vorgetrocknete Naßkuchen wurde in heißem Wasser (70°C) aufgeschlämmt, so daß ein Feststoffgehalt unter 15 Gew.-% erreicht wurde. Es wurde mit verdünnter Salzsäure ein End-pH-Wert von 3,0 bis 7,0 eingestellt und die Lösung über einen Kunststoff-Filter abgenutzt. Die anschließende Nachwaschung erfolgte mindestens zweimal mit jeweils 200 bis 500 ml 20°C kaltem Wasser.

70 Probe 3 wurde im Technikum hergestellt. Der Feststoffgehalt war mit den Laboransätzen vergleichbar. Es wurde drei-

DE 197 10 315 C 2

mal kalt gewaschen.

Zur Bestimmung der Ausbeute wurde der jeweils entstandene Naßkuchen 5 bis 10 mm dünn auf Folie aufgebracht und getrocknet.

An diesem Material wurden der Weißgrad und das Schüttgewicht bestimmt.

Die Ausbeute (atro) lag bei mindestens 97 Gew.-%, das heißt höchstens 3 Gew.-% der Bestandteile des eingesetzten Holzfasernehls wurden durch die Laugenbehandlung herausgelöst.

Die sensorische Prüfung erfolgte in einer wäßrigen Aufschlämmung, in der 1 g Produkt bei 100°C in 150 ml Wasser aufgeschlämmt worden war. An dieser Aufschlämmung wurden Geruch und Geschmack geprüft.

Um einen Eindruck zu gewinnen, was in dem unbehandelten Holzpartikelmaterial (Lignocel C 120) einerseits und dem der Laugenbehandlung unterworfenen Holzpartikelmaterial (Proben Nr. 1-3) andererseits an extrahierbaren Stoffen noch enthalten ist, wurden die Materialien einer Extraktion in einer Soxlethapparatur unterworfen. Die Menge der in den Materialien enthaltenen noch extrahierbaren Inhaltsstoffe sind ein Maß für die Eignung der Materialien als Filterhilfsmittel für sensorisch anspruchsvolle Filtrationen.

Bei der Extraktion in der Soxlethapparatur wurden 5 g des auf einen Feuchtegehalt unter 10 Gew.-% getrockneten Produkts 5 Stunden mit 250 ml Ethanol/Wasser (1 : 1) extrahiert und der Extraktgehalt gravimetrisch bestimmt.

Mit dem auf einen Feuchtegehalt unter 10 Gew.-% getrocknetem Material wurde schließlich nach einer Arbeitsvorschrift der Firma Schenk eine Versuchsfiltration bei 20°C durchgeführt, bei der die Naßkuchenhöhe, der Darcy-Wert, das Schwemmverhalten und der Wasserwert bestimmt wurden.

Die Ergebnisse der Versuche sind in der beigefügten Tabelle zusammengefaßt.

Die Beurteilung im sensorischen Bereich erfolgt nach Wertezahlen. 0 bedeutet gut, 10 bedeutet schlecht.

Es ist in der Tabelle zu sehen, daß das unbehandelte Material im Hinblick auf den Geruch einen Wert 8 aufweist, der wesentlich schlechter ist als die Werte der behandelten Proben Nr. 1-3.

Dasselbe gilt für den Geschmack, der bei dem unbehandelten Produkt Lignocel C 120 maximal schlecht zu beurteilen war.

Ein wichtiger Punkt ist die Extraktmenge. Bei dem unbehandelten Produkt Lignocel C 120 ließen sich noch 3,37% extrahieren, während die entsprechenden Werte der behandelten Produkte um 1,0% liegen. Das bedeutet, daß durch die relativ milde Laugenbehandlung ein erheblicher Teil der extrahierbaren und beim Einsatz des Produkts als Filterhilfsmittel unter Umständen störenden Inhaltsstoffe bereits herausgelöst worden sind.

Durch die Laugenbehandlung des Produktes und die anschließenden Waschvorgänge läßt sich in einem gewissen Umfang Einfluß auf den Wasserwert nehmen, der ein Maß für die Durchlässigkeit des Filterhilfsmittels ist. Die Bestimmung des Wasserwertes erfolgt mit einem Labordruckfilter (Durchmesser 50 mm) und einem Wasserhochbehälter mit Niveaueinrichtung. Zwischen dem Niveau des Wassers im Wasserhochbehälter und dem Filterboden ist eine Differenz von 2 m einzuhalten.

Der Laborfilter wird mit einer angefeuchteten durchlässigen Celluloseschicht (Schenk D-Schicht mit der Siebseite nach unten) versehen und verschlossen. Anschließend werden 25 g Filterhilfsmittel in 200 bis 300 ml reinem Wasser aufgeschlämmt und vollständig in den Laborfilter überführt. Der Laborfilter wird an den Wasserhochbehälter angeschlossen und entlüftet. Nach einer Minute werden 500 ml Wasser abfiltriert und anschließend die Zeit für die nächsten 100 ml Filtertrat gestoppt. Der Wasserwert ergibt sich aus der gestoppten Zeit wie folgt:

$$\text{Wasserwert} = \frac{480}{\text{Zeit in Minuten}}$$

Wenn sich hierbei ein Wasserwert kleiner 150 ergibt, erfolgt die Bestimmung wie oben, jedoch unter Anwendung von nur 4 g Filterhilfsmittel. Dann ergibt sich

$$\text{Wasserwert} = \frac{76,8}{\text{Zeit in Minuten.}}$$

Je kleiner also die Zeit ist, die eine bestimmte Wassermenge zum Durchströmen der Filterschicht benötigt, desto größer ist der Wasserwert.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

T A B E L L E

| Produkt | Feuchte-gehalt | Geruch | Geschmack | Trübung | Farbe | Extrakt% | Weisse | Schütt-gewicht | Naß-kuchen-höhe | Darcy-Wert | Anström-verhalten | Wasser-wert |
|---------------------------------------|----------------|--------|--------------|---------------|-----------------------|----------|--------|--------------------|-----------------|------------|-------------------|--------------------------|
| | Gew.-% | | | | | % | % | g /dm ³ | mm /25 g | | | min ⁻¹ / 25 g |
| Referenz: <i>Lignocel</i> C 120 | 9,0 | 8 | 10 (blitter) | 1 (fast klar) | 8 (gelb) | 3,37 | 50,4 | 128 | 78 | 5,3 | gut | 770 |
| Probe Nr. 1 | 3,5 | 1 | 2-3 (mild) | 0 (klar) | 1-2 (farblos) | 0,93 | 34,2 | n. b. | 83 | 8,0 | gut | 1098 |
| Probe Nr. 2 | 5,3 | 1 | 2-3 (mild) | 0 (klar) | 2 (farblos) | 1,04 | 34,1 | 125 | 82 | 7,3 | gut | 1010 |
| Probe Nr. 3 | 7,5 | 5 | 6 (neutral) | 1 (klar) | 2-3 (fast farblos) | 0,98 | 36,8 | 131 | 79 | 7,8 | gut | 1125 |

Patentansprüche

1. Filterhilfsmittel welches kleinteilige Holzpartikel umfaßt, die einer chemischen Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel bei einer Temperatur unter 100°C und unter Atmosphärendruck einer die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Holzpartikeln entfernenden Behandlung mit einer verdünnten Lauge unterzogen worden sind. 5
2. Filterhilfsmitteln nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzfasern umfassen.
3. Filterhilfsmitteln nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzzerkleinerungsreste umfassen.
4. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es im wesentlichen nur Holzpartikel ein und derselben Art, Größenverteilung und Vorbehandlung enthält.
5. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei nach unterschiedlichen Verfahren zerkleinerte Anteile der Partikel enthält. 10
6. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei auf unterschiedliche Abmessungen zerkleinerte Anteile der Partikel enthält.
7. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es Anteile aus mindestens zwei unterschiedlichen Ausgangsmaterialien hergestellten Partikel enthält. 15
8. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es andere, die Filtrationseigenschaften nicht beeinflussende organische oder anorganische Anteile enthält.
9. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es andere filteraktive Anteile enthält. 20
10. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es andere mineralische Anteile enthält.
11. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß es Kieselgur enthält.
12. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß es Perlite enthält.
13. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Partikelabmessung des gebrauchsfertigen Filterhilfsmittels unterhalb 3,0 mm liegt. 25
14. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß bei faserförmigen Partikeln der mittlere Faserdurchmesser unter 1,0 mm liegt.
15. Verfahren zur Herstellung des Filterhilfsmittels nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel während einer Einwirkungsdauer mit der verdünnten Lauge digeriert werden. 30
16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der verdünnten Lauge während der Behandlung im Bereich der Umgebungstemperatur liegt.
17. Verfahren nach Anspruch 15 oder 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der verdünnten Lauge während der Behandlung 50–100°C beträgt. 35
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der verdünnten Lauge während der Behandlung 70 bis 90°C beträgt.
19. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration der verdünnten Lauge 2 bis 10 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt, beträgt.
20. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß als Lauge Natronlauge verwendet wird. 40
21. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkungsdauer so benutzt wird, daß höchstens 10 Gew.-% an den Holzinhaltsstoffen entfernt werden.
22. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkungsdauer 5 bis 120 min beträgt. 45
23. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Stoffdichte bei der Behandlung 5 bis 25% beträgt.
24. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Einwirkungsdauer gewaschen und getrocknet werden.
25. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikelgröße bei der Behandlung bis zu 10 mm, vorzugsweise 0,1 bis 1,0 mm beträgt. 50
26. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß durch eine Beeinflussung der Mahlung in der Naßphase (Refiner) der Wasserwert eingestellt wird.
27. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 26, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Behandlung und vor dem Trocknen, gleichzeitig mit dem Trocknen oder nach dem Trocknen weiter zerkleinert werden. 55
28. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 27, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Behandlung und dem Trocknen klassiert werden.
29. Die Verwendung von kleinteiligen Holzpartikeln, die bei einer Temperatur unter 100°C und unter Atmosphärendruck einer Behandlung mit einer verdünnten Lauge unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Holzpartikeln entfernt, als Filterhilfsmittel. 60
30. Die Verwendung von kleinteiligen Holzpartikeln, die nach einem der Ansprüche 15 bis 28 behandelt worden sind, als Filterhilfsmittel.
31. Die Verwendung nach Anspruch 29 oder 30 in der Getränke-, insbesondere Bierfiltration.
32. Die Verwendung nach Anspruch 29 oder 30 in der Lebensmittelfiltration.
33. Die Verwendung nach Anspruch 29 oder 30 im Bereich der Reinigung von Flüssigkeiten in der Chemie.
34. Die Verwendung nach Anspruch 29 oder 30 im Bereich der Reinigung von Hilfsflüssigkeiten der Metallbearbeitung. 65
35. Die Verwendung nach Anspruch 29 oder 30 im Bereich der Pharmazie und Kosmetik.

- Leerseite -